

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-096180

(43)Date of publication of application : 03.04.2003

(51)Int.Cl. C08G 64/14

(21)Application number : 2001-295483 (71)Applicant : IDEMITSU PETROCHEM CO LTD

(22)Date of filing : 27.09.2001 (72)Inventor : ISHIKAWA YASUHIRO

### (54) STRAIGHT-CHAIN POLYCARBONATE

#### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a straight-chain polycarbonate, which is improved in fluidity, gives no deposits to molds when it is injection-molded, and also gives good appearance to the molded articles.

**SOLUTION:** The straight-chain polycarbonate is produced by using a long-chain monoalkylphenol having in average a 19-35C alkyl group as an end-terminator, the amount of the unreacted long-chain monoalkylphenol being 300 ppm or less, and has a viscosity-average molecular weight of 13,500-30,000.

**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1]Straight-chain-shape polycarbonate of the viscosity average molecular weight 13,500-30,000 whose amount of long chain monoalkyl phenol unreacted [ that an average carbon number is manufactured as a terminal stopper using long chain monoalkyl phenol which has an alkyl group of 19-35 ] is 300 ppm or less.

[Claim 2]The straight-chain-shape polycarbonate according to claim 1 whose average carbon numbers of an alkyl group of long chain monoalkyl phenol are 21-25.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]About straight-chain-shape polycarbonate, in more detail, when mobility is improved and carries out injection molding, an affix is not looked at by the metallic mold, but this invention relates to straight-chain-shape polycarbonate also with good appearance of mold goods.

[0002]

[Description of the Prior Art]Since it excels in a mechanical physical property (especially shock resistant characteristic), an electrical property, transparency, etc., in the field with OA equipment, the various electrical-and-electric-equipment fields, construction fields, etc., polycarbonate resin is broadly used as engineering plastics.

[0003]In recent years, further fluid improvement is needed to requests, such as thinning of mold goods, enlargement, and improvement in a molding cycle. In order to improve the mobility, using long chain alkylphenol as a terminal stopper is known. For example, the claim of JP,52-50078,B has the statement of the purport that the alkylphenol, carboxylic acid, or acid halide of 8-20 uses it as a terminal stopper in the carbon number of an alkyl group. However, if there is a carbon number of an alkyl group only of a statement of the acid chloride of 9-17 in an example and a carbon number exceeds 20, when rinsing polymerization liquid, a system will emulsify, washing will become difficult, and also there is a statement that the heat deflection temperature of the obtained polycarbonate resin falls remarkably. The claim of JP,7-25871,B has the statement of the purport that the carbon number of an alkyl group uses the alkylphenol of 8-30 as a terminal stopper. However, there is a carbon number of an alkyl group only of a statement of the alkylphenol of 18 in an example.

[0004]On the other hand, in the polycarbonate obtained as a terminal stopper using long chain alkylphenol, when injection molding was performed, the affix was looked at by the metallic mold, and mold goods also had a tendency which surface nonuniformity tends to generate.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]It was made under such a situation, when

mobility is improved and carries out injection molding, an affix is not looked at by the metallic mold, but this invention provides straight-chain-shape polycarbonate also with good appearance of mold goods.

[0006]

[Means for Solving the Problem]In order that this invention person may attain said purpose, as a result of repeating research wholeheartedly, long chain monoalkyl phenol which has a specific carbon number is used as a terminal stopper, And it found out that the purpose of this invention might be suited by adjusting the unreacted amount of long chain monoalkyl phenol in obtained polycarbonate. This invention is completed based on this knowledge.

[0007]That is, the gist of this invention is as follows.

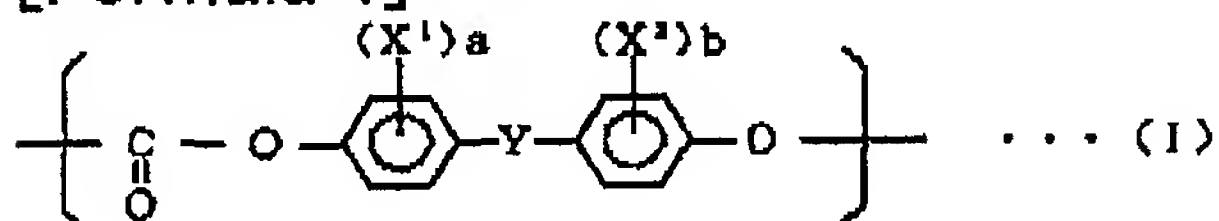
1. Straight-chain-shape polycarbonate of viscosity average molecular weight 13,500-30,000 whose amount of long chain monoalkyl phenol unreacted [ that an average carbon number is manufactured as a terminal stopper using long chain monoalkyl phenol which has an alkyl group of 19-35 ] is 300 ppm or less.
2. Straight-chain-shape polycarbonate of said one statement whose average carbon numbers of alkyl group of long chain monoalkyl phenol are 21-25.

[0008]

[Embodiment of the Invention]Below, this invention is explained in detail. Although various things are mentioned as straight-chain-shape polycarbonate of this invention, it is general formula (I).

[0009]

[Formula 1]



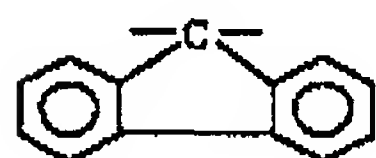
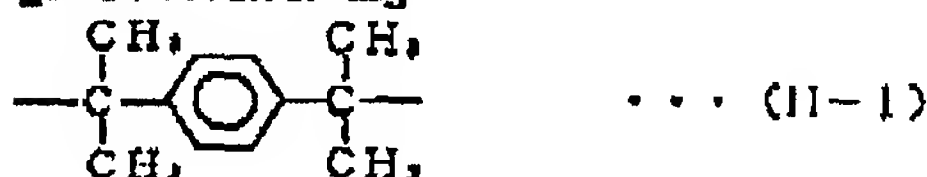
[0010]The polymer which comes out and has a repeating unit of the structure expressed is preferred. In the above-mentioned general formula (I),  $X^1$  and  $X^2$ , The straight chain shape of the carbon numbers 1-6 and a branched state or annular alkyl group are shown, respectively, and as an example, A methyl group, an ethyl group, n-propyl group, an isopropyl group, n-butyl group, an isobutyl group, a tert-butyl group, n-amyl group, an isoamyl group, n-hexyl group, an isohexyl group, a cyclopentyl group, a cyclohexyl group, etc. can be mentioned. This  $X^1$  and  $X^2$  may be mutually the same, or may differ from each other. a and b show the number of substitution of  $X^1$  and  $X^2$ , respectively, and are an integer of 0-4. When two or more  $X^1$  may be mutually the same, or it may differ, when there are two or more  $X^1$ , and there are two or more  $X^2$ , two or more  $X^2$  may be mutually the same, or may differ.

[0011]Y A single bond, an alkylene group of the carbon numbers 1-8 (for example, a methylene group, ethylene, a propylene group, a butylene group, a piers RIREN group, a hexylene group, etc.), An alkylidene group of the carbon numbers 2-8 (for

example, an ethylidene group, an isopropylidene group, etc.), A cyclo alkylene group of the carbon numbers 5-15 (for example, a cyclopentylene group, a cyclohexylene group, etc.), Cyclo alkylidene groups (for example, a cyclopentylidene group, a cyclohexylidene group, etc.), -S-, -SO-, -SO<sub>2</sub>-, -O-, -CO-combination, a formula (II-1), or a formula (II-2) of the carbon numbers 5-15

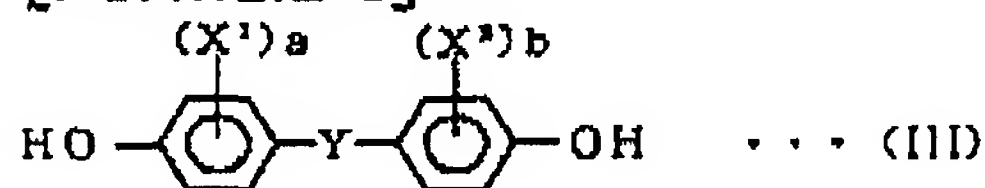
[0012]

[Formula 2]



[0013]It comes out and combination expressed is shown. Here, straight-chain-shape polycarbonate means what is manufactured without using a branching agent. The above-mentioned polymer is usually general formula (III). [0014]

[Formula 3]



[0015](X<sup>1</sup>, X<sup>2</sup>, a, b, and Y are the same as the above among a formula.) -- it can manufacture by making a dihydric phenol expressed and carbonate precursors, such as phosgene and a carbonic ester compound, react. Namely, for example in solvents, such as a methylene chloride, by the reaction of a dihydric phenol and carbonate precursors, such as phosgene, under existence of a publicly known acid acceptor and a molecular weight modifier. Or it can manufacture under existence of a solvent or absence by an ester exchange reaction of a dihydric phenol and carbonate precursors, such as a carbonic ester compound, etc.

[0016]What that is expressed with said general formula (III) are various as a dihydric phenol can be mentioned. It is 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propane especially. [A common name and bisphenol A] are preferred. As dihydric phenols other than bisphenol A, for example, bis(4-hydroxyphenyl)methane; -- 1,1-bis(4-hydroxyphenyl)ethane; -- bis(4-hydroxyphenyl)alkanes, such as 1,2-bis(4-hydroxyphenyl)ethane, 1,1-bis(4-hydroxyphenyl)cyclohexane; Bis(4-hydroxyphenyl)cycloalkanes, such as an 1,1-bis(4-hydroxyphenyl)cyclodecane, 4,4'-dihydroxydiphenyl, bis(4-hydroxyphenyl)oxide, A bis(4-hydroxyphenyl)sulfide, a bis(4-hydroxyphenyl)sulfone, a bis(4-hydroxyphenyl)sulfoxide, bis(4-hydroxyphenyl)ether, bis(4-hydroxyphenyl)ketone, etc. can be mentioned. In addition, hydroquinone etc. can be mentioned as a dihydric phenol. These dihydric phenols may be used independently, respectively, and two or more sorts may be mixed and used for them.

[0017]As carbonic ester, dialkyl carbonate, such as diaryl carbonate, such as



diphenyl carbonate, dimethyl carbonate, and diethyl carbonate, etc. can be mentioned, for example. In this invention, when making said dihydric phenol and a carbonate precursor react and manufacturing polycarbonate, it is indispensable that an average carbon number uses long chain monoalkyl phenol which has an alkyl group of 19-35 as a terminal stopper (it is also called a molecular weight modifier.). A fluid improvement is insufficient in an average carbon number being less than 19, if 35 is exceeded, reactivity will be inferior and a loss of long chain monoalkyl phenol will increase so much. It has an average carbon number of 21-35, and has an average carbon number of 21-25 more preferably.

[0018]About an average carbon number of the above-mentioned alkyl group [ (carbon number of an alkyl group) -- it is the sum of product] of (the molar fraction). The above-mentioned long chain monoalkyl phenol may be independent, or two or more sorts may be combined and it may be used. When combining two or more sorts and using, a carbon number of an alkyl group will be expressed with an average carbon number.

[0019]Any may be sufficient although the above-mentioned long chain monoalkyl phenol has alt.\*\*, a meta-object, and the Para object as an isomer. Straight chain shape and branched state any may be sufficient as a long chain alkyl group. Straight-chain-shape polycarbonate of this invention needs to have viscosity average molecular weight in the range of 13,500-30,000 from points, such as a mechanical strength and a moldability. desirable -- 14,000-25,000 -- it is the range of 14,500-21,000 more preferably. The viscosity average molecular weight (Mv) is the value which measured viscosity of a methylene chloride solution at 20 \*\*, asked for limiting viscosity [eta] from this using an Ubbelohde viscometer, and was computed by a formula of  $[\eta] = 1.23 \times 10^{-5} Mv^{0.83}$ .

[0020]Unreacted long chain monoalkyl phenol of straight-chain-shape polycarbonate of this invention needs to be 300 ppm or less. What is necessary is to filter precipitate of polycarbonate produced with a poor solvent, and just to classify, for example in a solution technique, although not limited especially as a method of being 300 ppm or less. If it exceeds 300 ppm, an affix is looked at by metallic mold of injection molding, and appearance of mold goods is not good, either and preferred. It is 200 ppm or less preferably, and is less than 100 ppm still more preferably.

[0021]Straight-chain-shape polycarbonate of this invention may be made to contain suitably various additive agents, for example, an antioxidant, a brightness improver, lubricant (release agent), fire retardant, dripping inhibitor, other inorganic bulking agents, etc. by request in the range by which the purpose of this invention is not spoiled. A constituent can be prepared by blending and kneading various additive agents to polycarbonate of this invention. A method of a method applied to the usual resin composition being able to apply as it is, and using a ribbon blender, a Henschel mixer, a Banbury mixer, a drum tumbler, a monopodium or two or more multiaxial screw extruders, a ko kneader, etc. as this combination and a kneading method, is preferred. Although kneading temperature in particular is not limited, it is usually

suitably chosen out of the range of 240–340 \*\*.

[0022] Thus, an obtained resin composition can be fabricated using the usual forming process, for example, injection molding process, compression forming, etc., and mold goods can be obtained.

[0023]

[Example] Next, although an example explains this invention still in detail, this invention is not limited at all by these examples.

(1) Preparation of long chain monoalkyl phenol [Preparation of long chain monoalkyl phenol (a)] To the reactor provided with a baffle and stirring wings, it is a mixture of phenol 300 mass part, 1-eicosen, 1-docosene, and 1-tetracosene. [Composition ratio (mol %); 53.3:40.2:6.5] 105 mass parts [Phenol/olefin = 9/1 (mole ratio)] And as a catalyst, at a preparation rate of highly acidic polystyrene system sulfonic acid type cation resin (Amberlyst15; made by Ioam and HASU) 10.5 mass part, reaction raw materials and a catalyst were taught and the reaction was performed under stirring in 120 \*\* for 3 hours. Distillation under reduced pressure refined after ending reaction, and long chain monoalkyl phenol (a) was obtained. The average carbon number of the alkyl group of this obtained long chain monoalkyl phenol (a) was 21.

[0024] [Preparation of long chain monoalkyl phenol (b)] In preparation of the aforementioned long chain monoalkyl phenol (a), they are 110 mass parts about 1-docosene as an olefin. Using [phenol/olefin = 9/1 (mole ratio)], the catalyst amount was made into 11 mass parts, and also long chain monoalkyl phenol (b) was obtained similarly. The average carbon number of the alkyl group of this obtained long chain monoalkyl phenol (b) was 22.

[0025] (2) Bisphenol A was dissolved so that bisphenol A concentration might become 13.5 mass % in the sodium hydroxide solution of preparation 5.6 mass % of BORIKABONETO oligomer, and the sodium hydroxide solution of bisphenol A was prepared.

[0026] Phosgene was continuously supplied to 6 mm in inside diameter, and 30 m of tube lengths' tubular type reactor with the flow of 4.0 kg/hr by the flow of 41 l. of sodium hydroxide solution / hr of this bisphenol A, and 15 l. of methylene chlorides / hr. The tubular type reactor has a jacket portion and maintained the temperature of reaction mixture at the jacket through cooling water at 40 \*\* or less.

[0027] The reaction mixture which came out of the tubular type reactor is continuously introduced to a tank reactor with a baffle with a provided with the sweepback wing content volume of 40 l., It reacted here by adding 2.8 l. of sodium hydroxide solution / hr of bisphenol A, 0.07 l. of 25 mass % sodium hydroxide solution / hr, 17 l. of water / hr, and 0.32 l. of 1 mass % triethylamine solution / hr further.

[0028] By extracting continuously the reaction mixture which overflows from a tank reactor, and settling it, separation removal of the aqueous phase was carried out, and the methylene chloride phase was extracted. Thus, 355g [ l. ] / and the chloroformate group concentration of the concentration of the obtained polycarbonate oligomer were 0.80 mol/l.

[0029](3) Manufacture of polycarbonate [Example 1] Two baffle and paddle type stirring wings and the jacket for cooling to the 50-l. tank reactor which it had 12 l. of the above-mentioned oligomer solutions, 9.3 l. of methylene chlorides, 352 g of long chain monoalkyl phenol (a), 5.4 ml was taught for triethylamine, the 6.4 mass % sodium hydroxide solution 1,720g in which this was made to dissolve 226 mg of sodium dithionite was added under stirring, and the reaction was performed for 20 minutes. Subsequently, the sodium hydroxide solution (what dissolved the bisphenol A 992g in the solution made to dissolve NaOH580g and the sodium dithionite 1.98g in 9.78 l. of water) of bisphenol A was added, and the polymerization reaction was carried out for 40 minutes, stirring at 300 rpm.

[0030]Subsequently, after adding 10 l. of methylene chlorides for dilution, it separated into the aqueous phase containing the organic phase which contains polycarbonate by settling, superfluous bisphenol A, and sodium hydroxide, and the organic phase was extracted from the reactor lower part, and it isolated. In this way, the 0.03-mol [/l. ] sodium hydroxide solution of every 15 capacity % and 0.2-N chloride washed the methylene chloride solution of the obtained polycarbonate one by one to the solution, and washing was repeated with pure water until the electrical conductivity in the aqueous phase after washing became subsequently less than to 0.1 microS/m.

[0031]After condensing the methylene chloride solution of polycarbonate after the end of washing until it became the concentration of 150-170g/l., the n-hexane of 20 capacity % was added, the formed precipitate was filtered and dried, and the flake of polycarbonate was obtained. Viscosity average molecular weight, Q value, and the unreacted amount of long chain monoalkyl phenol are measured in the following way about the flake, and the result is shown in the 1st table.

[0032]Property measuring method (a) viscosity average molecular weight (Mv) of a poly KABONETO flake

It is the value which measured the viscosity of the methylene chloride solution at 20 \*\*, asked for limiting viscosity  $[\eta]$  from this using the Ubbelohde viscometer, and was computed by the formula of  $[\eta] = 1.23 \times 10^{-5} M_v^{0.83}$ .

(b) Q value (flow value)

By the melt viscosity measured with the elevated formula flow tester, the melting resin amount which flows out from the nozzle of 1 mmphix10mmL under the pressure of 280 \*\* and 15.7MPa is expressed with a cc/sec unit, it flows with the fall of melt viscosity, and the value "Q value" increases.

(c) The unreacted amount polycarbonate flake 2g of long chain monoalkyl phenol was melted in 50 ml of methylene chlorides, 250 ml of acetone was added little by little to this, and polymer was deposited. After carrying out suction filtration of this, under [ a fixed quantity / concentrate / this / in 20 ml of n-hexane / gas chromatography / after constant volume and / (GC) / it condenses and ]. The measuring condition is as follows.

[0033]GC main part: -- HEWLETT PACKARD HP 6890 column: -- the product made



by J&WSCIENTIFIC, and DB-1 (0.53 mm [ 15 m x ] phix0.15 micrometer)  
temperature pattern: -- a part for 40 \*\*/1 minute maintenance ->40 \*\*/--- a part  
for temperature-up ->120 \*\*/7 minute maintenance ->10 minute/--- temperature-  
up ->330 \*\*/5-minute maintenance carrier gas: -- helium (40cm<sup>3</sup>/--- a second -- a  
constant -- -- a flow)

Pouring: Split loess (2.0micro liter)

pouring temperature: -- 350 \*\*FID Detector temperature: --- 350 \*\* [0034][Example  
2] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared except having used  
365 g of long chain monoalkyl phenol (b) instead of long chain monoalkyl phenol (a).  
The viscosity average molecular weight, Q value, and the unreacted amount of long  
chain monoalkyl phenol were measured like Example 1. The result is shown in the 1st  
table.

[0035][Comparative example 1] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly  
prepared except having used 198 g of lauric acid chloride instead of long chain  
monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight and Q value were  
measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0036][Comparative example 2] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly  
prepared except having used 249 g of pulmitic acid chloride instead of long chain  
monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight and Q value were  
measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0037][Comparative example 3] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly  
prepared except having used 270 g of stearic acid chloride instead of long chain  
monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight and Q value were  
measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0038][Comparative example 4] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly  
prepared except having used the octadecylphenol 314g instead of long chain  
monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight and Q value were  
measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0039][Example 3] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared  
except the addition of long chain monoalkyl phenol (a) having been 292 g. The  
viscosity average molecular weight, Q value, and the unreacted amount of long chain  
monoalkyl phenol were measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0040][Example 4] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared  
except having used 303 g of long chain monoalkyl phenol (b) instead of long chain  
monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight, Q value, and the  
unreacted amount of long chain monoalkyl phenol were measured like Example 1. The  
result is shown in the 1st table.

[0041][Comparative example 5] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly  
prepared except having used 234 g of dodecyl para-hydroxybenzoate instead of long  
chain monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight and Q value were  
measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0042][Comparative example 6] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared except having used 210 g of pulmitic acid chloride instead of long chain monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight and Q value were measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0043][Comparative example 7] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared except having used the octadecylphenol 262g instead of long chain monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight and Q value were measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0044][Example 5] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared except the addition of long chain monoalkyl phenol (a) having been 266 g. The viscosity average molecular weight, Q value, and the unreacted amount of long chain monoalkyl phenol were measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0045][Example 6] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared except having used 276 g of long chain monoalkyl phenol (b) instead of long chain monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight, Q value, and the unreacted amount of long chain monoalkyl phenol were measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0046][Comparative example 8] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared except having used 146 g of lauric acid chloride instead of long chain monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight and Q value were measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0047][Comparative example 9] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared except having used 184 g of pulmitic acid chloride instead of long chain monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight and Q value were measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0048][Comparative example 10] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared except having used 199 g of stearic acid chloride instead of long chain monoalkyl phenol (a). The viscosity average molecular weight and Q value were measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0049][Comparative example 11] In Example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared except having dried the solid content obtained by condensing as it is after adding n-hexane, without filtering. The viscosity average molecular weight, Q value, and the unreacted amount of long chain monoalkyl phenol were measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0050][Comparative example 12] In the comparative example 1, the polycarbonate flake was similarly prepared except having dried the solid content obtained by condensing as it is after adding n-hexane, without filtering. The viscosity average molecular weight, Q value, and the unreacted amount of long chain monoalkyl phenol were measured like Example 1. The result is shown in the 1st table.

[0051]

[Table 1]

第1表

	アルキル基の 平均炭素数	粘度平均分子量	Q値 (cc/sec)	アルキルフェノール 未反応量 (ppm)
実施例1	21	14,800	$98 \times 10^{-2}$	100>
実施例2	22	14,900	$104 \times 10^{-2}$	100>
比較例1	11	15,100	$68 \times 10^{-2}$	—
比較例2	15	14,800	$72 \times 10^{-2}$	—
比較例3	17	14,500	$76 \times 10^{-2}$	—
比較例4	18	14,500	$78 \times 10^{-2}$	—
実施例3	21	17,300	$50 \times 10^{-2}$	100>
実施例4	22	17,300	$59 \times 10^{-2}$	100>
比較例5	12	17,400	$32 \times 10^{-2}$	—
比較例6	15	17,100	$34 \times 10^{-2}$	—
比較例7	18	17,300	$37 \times 10^{-2}$	—
実施例5	21	18,700	$26 \times 10^{-2}$	100>
実施例6	22	19,000	$30 \times 10^{-2}$	100>
比較例8	11	19,500	$14 \times 10^{-2}$	—
比較例9	15	19,500	$18 \times 10^{-2}$	—
比較例10	17	19,300	$21 \times 10^{-2}$	—
比較例11	21	14,800	$107 \times 10^{-2}$	340
比較例12	11	15,100	$68 \times 10^{-2}$	350

[0052](4) As a Lynn system antioxidant, 50 ppm of yl GAFOSU 168 (made in Tiba Speciality Chemicals) was added on the polycarbonate flakes obtained by the injection-molding examples 1-6 and the comparative examples 11 and 12 of polycarbonate, it corned at 270 \*\* on them, and the pellet was obtained on them. Injection molding of the obtained pellet was carried out on condition of cylinder-temperature;320 \*\*, die-temperature;50 \*\*, and injection pressure;7.84MPa using a 45-t injection molding machine (the Toshiba Machine Co., Ltd. make, IS45PV), and the 3-mm-thick piece of shaping was continuously obtained at 35x25 mm of 300 shots. Then, the existence of a metallic mold affix and the appearance of mold goods were observed.

[0053]When the pellet which used as the raw material the polycarbonate flake obtained in Examples 1-6 was used, there was no affix to a metallic mold, and the appearance of mold goods was good, but. When the pellet which used as the raw material the polycarbonate flake obtained by the comparative examples 11 and 12 was used, what an oil-like affix is looked at by the metallic mold, and mold goods have surface nonuniformity, and shows uniform and smooth appearance did not become.

[0054]

[Effect of the Invention]According to this invention, when mobility is improved and carries out injection molding, an affix is not looked at by the metallic mold, but straight-chain-shape polycarbonate also with good appearance of mold goods can be obtained.

---

[Translation done.]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-96180

(P2003-96180A)

(43) 公開日 平成15年4月3日 (2003.4.3)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 0 8 G 64/14

識別記号

F I

C 0 8 G 64/14

データベース\* (参考)

4 J 0 2 9

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2001-295483(P2001-295483)

(22) 出願日 平成13年9月27日 (2001.9.27)

(71) 出願人 000183657

出光石油化学株式会社

東京都墨田区横綱一丁目6番1号

(72) 発明者 石川 康弘

千葉県市原市姉崎海岸1番地1

(74) 代理人 100078732

弁理士 大谷 保

Fターム(参考) 4J029 A409 AB01 AB02 AD01 AD10

AED1 BB10A BB10B BB13A

BB13B BB15A BB15B BD09A

BD09B BF14A BF14B BH02

DB07 DB11 DB12 FA07 HA01

HC04A HC05A

(54) 【発明の名称】 直鎖状ポリカーボネート

(57) 【要約】

【課題】 流動性が改良され、かつ射出成形する場合に金型に付着物が見られず、成形品の外観も良好な直鎖状ポリカーボネートを提供する。

【解決手段】 平均炭素数が19~35のアルキル基を有する長鎖モノアルキルフェノールを末端停止剤として使用して製造され、かつ未反応の長鎖モノアルキルフェノール量が300ppm以下である粘度平均分子量13,500~30,000の直鎖状ポリカーボネートである。

(2)

特開2003-96180

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均炭素数が19～35のアルキル基を有する長鎖モノアルキルフェノールを末端停止剤として使用して製造され、かつ未反応の長鎖モノアルキルフェノール量が300ppm以下である粘度平均分子量13,500～30,000の直鎖状ポリカーボネート。

【請求項2】 長鎖モノアルキルフェノールのアルキル基の平均炭素数が21～25である請求項1記載の直鎖状ポリカーボネート。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、直鎖状ポリカーボネートに関し、さらに詳しくは、流動性が改良され、かつ射出成形する場合に金型に付着物が見られず、成形品の外観も良好な直鎖状ポリカーボネートに関する。

## 【0002】

【従来の技術】ポリカーボネート樹脂は、機械物性（特に、耐衝撃特性）、電気的特性、透明性などに優れていることから、エンジニアリングプラスチックとして、OA機器や電気・電子機器分野、建築分野などの様々な分野において幅広く利用されている。

【0003】近年、成形品の薄肉化、大型化や成形サイクルの向上といった要望に対し、さらに流動性の向上が必要となった。その流動性を改良するために、長鎖アルキルフェノールを末端停止剤として使用することは知られている。例えば、特公昭52-50078号公報の特許請求の範囲には、アルキル基の炭素数が8～20のアルキルフェノール、カルボン酸又は酸ハロゲン化物が末端停止剤として使用する旨の記載がある。しかしながら、実施例には、アルキル基の炭素数が9～17の酸クロライドの記載しかなく、また炭素数が20を超えると、重合液を水洗する場合系が乳化して洗浄が困難となるほか、得られたポリカーボネート樹脂の熱変形温度が著しく低下するという記載がある。また、特公平7-25871号公報の特許請求の範囲には、アルキル基の炭素数が8～30のアルキルフェノールを末端停止剤として使用する旨の記載がある。しかし、実施例には、アルキル基の炭素数が18のアルキルフェノールの記載しかない。

【0004】一方、長鎖アルキルフェノールを末端停止剤として使用して得られたポリカーボネートを射出成形を行う場合、金型に付着物が見られ、成形品も表面ムラが発生しやすい傾向があった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような状況下でなされたもので、流動性が改良され、かつ射出成形する場合に金型に付着物が見られず、成形品の外観も良好な直鎖状ポリカーボネートを提供するものである。

## 【0006】

2

【課題を解決するための手段】本発明者は、前記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、特定の炭素数を有する長鎖モノアルキルフェノールを末端停止剤として用い、かつ得られたポリカーボネート中の未反応の長鎖モノアルキルフェノール量を調整することにより本発明の目的に適合しうることを見出した。本発明は、かかる知見に基づいて完成したものである。

【0007】すなわち、本発明の要旨は下記の通りである。

10 1. 平均炭素数が19～35のアルキル基を有する長鎖モノアルキルフェノールを末端停止剤として使用して製造され、かつ未反応の長鎖モノアルキルフェノール量が300ppm以下である粘度平均分子量13,500～30,000の直鎖状ポリカーボネート。

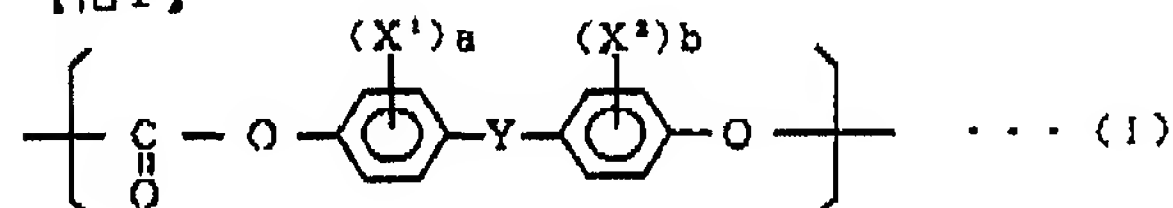
2. 長鎖モノアルキルフェノールのアルキル基の平均炭素数が21～25である前記1記載の直鎖状ポリカーボネート。

## 【0008】

【発明の実施の形態】以下に、本発明について詳細に説明する。本発明の直鎖状ポリカーボネートとして種々のものが挙げられるが、一般式(I)

## 【0009】

## 【化1】



【0010】で表される構造の繰り返し単位を有する重合体が好適である。上記一般式(I)において、X<sup>1</sup>及びX<sup>2</sup>は、それぞれ炭素数1～6の直鎖状、分岐状又は環状のアルキル基を示し、具体例としては、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、n-アミル基、イソアミル基、n-ヘキシル基、イソヘキシル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基などを挙げることができる。このX<sup>1</sup>及びX<sup>2</sup>はたがいに同一であっても異なってもよい。a及びbは、それぞれX<sup>1</sup>及びX<sup>2</sup>の置換数を示し、0～4の整数である。X<sup>1</sup>が複数ある場合、複数のX<sup>1</sup>はたがいに同一でも異なってもよく、X<sup>2</sup>が複数ある場合、複数のX<sup>2</sup>はたがいに同一でも異なってもよい。

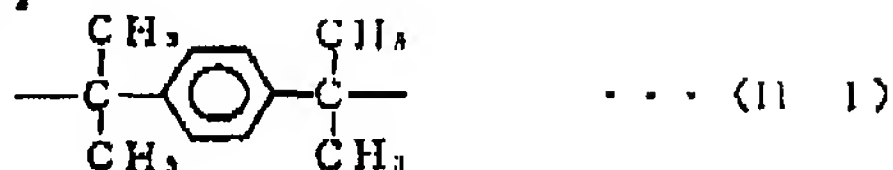
【0011】Yは単結合、炭素数1～8のアルキレン基（例えばメチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、ペンチレン基、ヘキシレン基など）、炭素数2～8のアルキリデン基（例えばエチリデン基、イソプロピリデン基など）、炭素数5～15のシクロアルキレン基（例えばシクロペンチレン基、シクロヘキシレン基など）、炭素数5～15のシクロアルキリデン基（例えばシクロペンチリデン基、シクロヘキシリデン基など）、-S-、-SO-、-SO<sub>2</sub>-、-O-、-CO-

3

一結合又は式 (II-1) もしくは式 (II-2)

【0012】

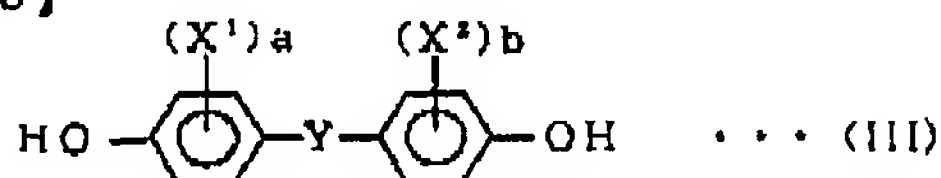
【化2】



【0013】で表される結合を示す。ここで、直鎖状ポリカーボネートとは、分岐剤を使用しないで製造されるものをいう。上記重合体は、通常一般式 (III)

【0014】

【化3】



【0015】(式中、 $X^1$ 、 $X^2$ 、 $a$ 、 $b$ および $Y$ は、前記に同じである。)で表される二価フェノールと、ホスゲンや炭酸エステル化合物等のカーボネート前駆体とを反応させることによって製造することができる。すなわち、例えば塩化メチレン等の溶媒中において、公知の酸受容体や分子量調節剤の存在下、二価フェノールとホスゲン等のカーボネート前駆体との反応により、或いは溶媒の存在下又は不存在下、二価フェノールと炭酸エステル化合物等のカーボネート前駆体とのエステル交換反応などによって製造することができる。

【0016】前記一般式 (III) で表される二価フェノールとしては様々なものを挙げることができる。特に2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン〔通称、ビスフェノールA〕が好ましい。ビスフェノールA以外の二価フェノールとしては、例えばビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン; 1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン; 1, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタンなどのビス(4-ヒドロキシフェニル)アルカン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン; 1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロデカンなどのビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロアルカン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニル、ビス(4-ヒドロキシフェニル)オキシド、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホキシド、ビス(4-ヒドロキシフェニル)エーテル、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ケトン等を挙げることができる。この他、二価フェノールとしては、ヒドロキノン等を挙げることができる。これらの二価フェノールは、それぞれ単独で用いてもよく、二種以上を混合して用いてもよい。

【0017】炭酸エステルとしては、例えばジフェニル

(3)

特開2003-96180

4

カーボネート等のジアリールカーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート等のジアルキルカーボネートなどを挙げることができる。本発明においては、前記二価フェノールとカーボネート前駆体とを反応させてポリカーボネートを製造する際に、末端停止剤

(分子量調節剤ともいう。)として平均炭素数が19~35のアルキル基を有する長鎖モノアルキルフェノールを使用するのが必須である。平均炭素数が19未満であると、流動性の改良が不十分であり、35を超えると、反応性が劣り、それだけ長鎖モノアルキルフェノールのロスが多くなる。好ましくは、21~35の平均炭素数を有するものであり、より好ましくは、21~25の平均炭素数を有するものである。

【0018】なお、上記のアルキル基の平均炭素数とは、[(アルキル基の炭素数)と(そのモル分率)の積]の和である。上記の長鎖モノアルキルフェノールは単独でも、二種以上組み合わせて用いてもよい。二種以上組み合わせて用いる場合には、アルキル基の炭素数は平均炭素数で表わすこととなる。

【0019】さらに、上記の長鎖モノアルキルフェノールは異性体として、オルト体、メタ体及びパラ体があるが、いずれでもよい。また、長鎖アルキル基は直鎖状、分岐状のいずれでもよい。本発明の直鎖状ポリカーボネートは、機械的強度及び成形性などの点から、粘度平均分子量が13,500~30,000の範囲にある必要がある。好ましくは、14,000~25,000、より好ましくは14,500~21,000の範囲である。なお、その粘度平均分子量( $M_v$ )は、ウベローデ型粘度計を用いて、20℃における塩化メチレン溶液の粘度を測定し、これより極限粘度 $[\eta]$ を求め、 $[\eta] = 1.23 \times 10^{-5} M_v^{0.83}$ の式により算出した値である。

【0020】また、本発明の直鎖状ポリカーボネートの未反応の長鎖モノアルキルフェノールを300ppm以下にする必要がある。300ppm以下にする方法として特に限定されないが、例えば溶液法においては、貧溶媒で生じたポリカーボネートの沈殿を濾過して分別すればよい。300ppmを超えると、射出成形の金型に付着物が見られ、また成形品の外観も良好でなく、好ましくない。好ましくは200ppm以下であり、さらに好ましくは100ppm未満である。

【0021】本発明の直鎖状ポリカーボネートには、本発明の目的が損なわれない範囲で、所望により各種添加剤、例えば、酸化防止剤、明度向上剤、滑剤(離型剤)、難燃剤、ドリップ防止剤、他の無機充填剤などを適宜含有させてもよい。本発明のポリカーボネートに各種添加剤を配合し、混練することにより組成物を調製することができる。該配合及び混練方法としては、通常の樹脂組成物に適用される方法がそのまま適用でき、リボンブレンダー、ヘンシェルミキサー、バンバリーミキサ



5

一、ドラムタンブラー、単軸または2以上の多軸スクリーナー押出機、コニーダ等を用いる方法が好適である。なお、混練温度は特に限定されないが、通常240～340℃の範囲から好適に選ばれる。

【0022】このようにして得られた樹脂組成物を、通常の成形方法、例えば射出成形法や圧縮成形法などを用いて成形し、成形品を得ることができる。

【0023】

【実施例】次に本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明は、これらの例によってなんら限定されるものではない。

(1) 長鎖モノアルキルフェノールの調製

【長鎖モノアルキルフェノール(a)の調製】バツフル及び攪拌翼を備えた反応器に、フェノール300質量部と1-エイコセン、1-ドコセン及び1-テトラコセンの混合物〔組成比(モル%) : 53, 3 : 40, 2 : 6, 5〕105質量部〔フェノール/オレフィン=9/1(モル比)〕及び触媒として強酸性ポリスチレン系スルホン酸型カチオン樹脂(Amberlyst 15; ロームアンドハース社製)10.5質量部の仕込み割合で、反応原料及び触媒を仕込み、120℃において、攪拌下に3時間反応を行った。反応終了後、減圧蒸留により精製し、長鎖モノアルキルフェノール(a)を得た。この得られた長鎖モノアルキルフェノール(a)のアルキル基の平均炭素数は21であった。

【0024】【長鎖モノアルキルフェノール(b)の調製】前記の長鎖モノアルキルフェノール(a)の調製において、オレフィンとして1-ドコセンを110質量部〔フェノール/オレフィン=9/1(モル比)〕を用い、かつ触媒量を11質量部とした他は同様にして、長鎖モノアルキルフェノール(b)を得た。この得られた長鎖モノアルキルフェノール(b)のアルキル基の平均炭素数は22であった。

【0025】(2) ポリカーボネートオリゴマーの調製  
5.6質量%の水酸化ナトリウム水溶液にビスフェノールA濃度が13.5質量%になるようにビスフェノールAを溶解させ、ビスフェノールAの水酸化ナトリウム水溶液を調製した。

【0026】このビスフェノールAの水酸化ナトリウム水溶液41リットル/hr、塩化メチレン15リットル/hrの流量で、ホスゲンを4.0kg/hrの流量で内径6mm、管長30mの管型反応器に連続的に供給した。管型反応器はジャケット部分を有しており、ジャケットに冷却水を通して反応液の温度を40℃以下に保った。

【0027】管型反応器を出た反応液を後退翼を備えた内容積40リットルのバツフル付き槽型反応器へ連続的に導入し、ここにさらにビスフェノールAの水酸化ナトリウム水溶液2.8リットル/hr、25質量%水酸化ナトリウム水溶液0.07リットル/hr、水17リッ

(4)

特開2003-96180

6

トル/hr、1質量%トリエチルアミン水溶液0.32リットル/hrを添加して反応を行った。

【0028】槽型反応器から溢れ出る反応液を連続的に抜き出し、静置することによって水相を分離除去し、塩化メチレン相を採取した。このようにして得られたポリカーボネートオリゴマーの濃度は355g/リットル、クロロホルム基濃度は0.80モル/リットルであった。

【0029】(3) ポリカーボネートの製造

【実施例1】邪魔板、パドル型攪拌翼2枚及び冷却用ジャケットを備えた50リットル槽型反応器に上記オリゴマー溶液12リットル、塩化メチレン9.3リットル、長鎖モノアルキルフェノール(a)352g、トリエチルアミンを5.4ミリリットルを仕込み、これに亜二チオン酸ナトリウム226mgを溶解させた6.4質量%水酸化ナトリウム水溶液1.720gを攪拌下で添加し、20分間反応を行った。次いで、ビスフェノールAの水酸化ナトリウム水溶液(NaOH580g、亜二チオン酸ナトリウム1.98gを水9.78リットルに溶解させた水溶液にビスフェノールA992gを溶解させたもの)を添加し、300rpmで攪拌しながら40分間重合反応を実施した。

【0030】次いで、希釈のため塩化メチレン10リットルを加えた後、静置することでポリカーボネートを含む有機相と過剰のビスフェノールA及び水酸化ナトリウムを含む水相に分離し、有機相を反応器下部より抜き出し単離した。こうして得られたポリカーボネートの塩化メチレン溶液を、その溶液に対して順次15容量%づつの0.03モル/リットル水酸化ナトリウム水溶液、0.2規定塩酸で洗浄し、次いで洗浄後の水相中の電気伝導度が0.1μS/m以下になるまで純水で洗浄を繰り返した。

【0031】洗浄終了後のポリカーボネートの塩化メチレン溶液を濃度150～170g/リットルになるまで濃縮した後、20容量%のn-ヘキサンを添加し、生じた沈殿を濾過、乾燥させポリカーボネートのフレークを得た。そのフレークについて粘度平均分子量、Q値、未反応の長鎖モノアルキルフェノール量を下記の要領で測定し、その結果を第1表に示す。

【0032】ポリカーボネートフレークの物性測定方法

(a) 粘度平均分子量(Mv)

ウペローデ型粘度計を用いて、20℃における塩化メチレン溶液の粘度を測定し、これより極限粘度[η]を求め、 $[\eta] = 1.23 \times 10^{-5} Mv^{0.83}$ の式により算出した値である。

(b) Q値(流れ値)

高架式フローテスターで測定した溶融粘度で、280℃、15.7MPaの圧力下に1mmφ×10mmLのノズルより流出する溶融樹脂量をcc/secの単位で表したものであり、溶融粘度の低下とともに流れ値「Q



(5)

特開2003-96180

7

値」は増加する。

(c) 未反応の長鎖モノアルキルフェノール量  
ポリカーボネートフレーク 2 g を塩化メチレン 50 ミリ  
リットルに溶かし、これにアセトン 250 ミリリットル  
を少しずつ加えポリマーを析出させた。これを吸引濾過  
した後、濃縮し、この濃縮液を n-ヘキサン 20 ミリリ  
ットルで定容後、ガスクロマトグラフィー (GC) によ  
り定量した。測定条件は下記の通りである。

【0033】GC 本体: HEWLETT PACKAR  
D HP 6890

カラム: J&W SCIENTIFIC 社製、DB-1  
(1.5 m × 0.53 mm φ × 0.15 μm)

温度パターン: 40℃ / 1 分保持 → 40℃ / 分昇温 → 1  
20℃ / 7 分保持 → 10 分 / 分昇温 → 330℃ / 5 分保  
持

キャリアガス: ヘリウム (40 cm<sup>3</sup> / 秒、コンスタン  
ト フロー)

注入: スプリットレス (2.0 μリットル)

注入温度: 350℃

FID Detector 温度: 350℃

【0034】【実施例 2】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりに長鎖モノアルキル  
フェノール (b) 365 g を用いたこと以外は同様にして  
ポリカーボネートフレークを調製した。その粘度平均  
分子量、Q 値、未反応の長鎖モノアルキルフェノール量  
を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 1 表に示  
す。

【0035】【比較例 1】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりにラウリン酸クロラ  
イド 198 g を用いたこと以外は同様にしてポリカー  
ボネートフレークを調製した。その粘度平均分子量、Q 値  
を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 1 表に示  
す。

【0036】【比較例 2】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりにパルミチン酸クロ  
ライド 249 g を用いたこと以外は同様にしてポリカー  
ボネートフレークを調製した。その粘度平均分子量、Q  
値を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 1 表に示  
す。

【0037】【比較例 3】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりにステアリン酸クロ  
ライド 270 g を用いたこと以外は同様にしてポリカー  
ボネートフレークを調製した。その粘度平均分子量、Q  
値を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 1 表に示  
す。

【0038】【比較例 4】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりにオクタデシルフェ  
ノール 314 g を用いたこと以外は同様にしてポリカー  
ボネートフレークを調製した。その粘度平均分子量、Q  
値を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 1 表に示

8

す。

【0039】【実施例 3】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の添加量を 292 g としたこ  
と以外は同様にしてポリカーボネートフレークを調製し  
た。その粘度平均分子量、Q 値、未反応の長鎖モノアル  
キルフェノール量を実施例 1 と同様に測定した。その結  
果を第 1 表に示す。

【0040】【実施例 4】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりに長鎖モノアルキル  
フェノール (b) 303 g を用いたこと以外は同様にして  
ポリカーボネートフレークを調製した。その粘度平均  
分子量、Q 値、未反応の長鎖モノアルキルフェノール量  
を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 1 表に示  
す。

【0041】【比較例 5】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりに p-ヒドロキシ安  
息香酸ドデシル 234 g を用いたこと以外は同様にして  
ポリカーボネートフレークを調製した。その粘度平均分  
子量、Q 値を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第  
1 表に示す。

【0042】【比較例 6】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりにパルミチン酸クロ  
ライド 210 g を用いたこと以外は同様にしてポリカー  
ボネートフレークを調製した。その粘度平均分子量、Q  
値を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 1 表に示  
す。

【0043】【比較例 7】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりにオクタデシルフェ  
ノール 262 g を用いたこと以外は同様にしてポリカー  
ボネートフレークを調製した。その粘度平均分子量、Q  
値を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 1 表に示  
す。

【0044】【実施例 5】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の添加量を 266 g としたこ  
と以外は同様にしてポリカーボネートフレークを調製し  
た。その粘度平均分子量、Q 値、未反応の長鎖モノアル  
キルフェノール量を実施例 1 と同様に測定した。その結  
果を第 1 表に示す。

【0045】【実施例 6】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりに長鎖モノアルキル  
フェノール (b) 276 g を用いたこと以外は同様にして  
ポリカーボネートフレークを調製した。その粘度平均  
分子量、Q 値、未反応の長鎖モノアルキルフェノール量  
を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 1 表に示  
す。

【0046】【比較例 8】実施例 1 において、長鎖モノ  
アルキルフェノール (a) の代わりにラウリン酸クロラ  
イド 146 g を用いたこと以外は同様にしてポリカー  
ボネートフレークを調製した。その粘度平均分子量、Q 値  
を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 1 表に示

(6)

特開2003-96180

9

10

す。

【0047】〔比較例9〕実施例1において、長鎖モノアルキルフェノール(a)の代わりにパルミチン酸クロライド184gを用いたこと以外は同様にしてポリカーボネートフレックを調製した。その粘度平均分子量、Q値を実施例1と同様に測定した。その結果を第1表に示す。

【0048】〔比較例10〕実施例1において、長鎖モノアルキルフェノール(a)の代わりにステアリン酸クロライド199gを用いたこと以外は同様にしてポリカーボネートフレックを調製した。その粘度平均分子量、Q値を実施例1と同様に測定した。その結果を第1表に示す。

【0049】〔比較例11〕実施例1において、n-ヘキサンを添加後、濾過せずにそのまま濃縮し、得られた固形分を乾燥したこと以外は同様にしてポリカーボネートフレックを調製した。その粘度平均分子量、Q値、未反応の長鎖モノアルキルフェノール量を実施例1と同様に測定した。その結果を第1表に示す。

【0050】〔比較例12〕比較例1において、n-ヘキサンを添加後、濾過せずにそのまま濃縮し、得られた固形分を乾燥したこと以外は同様にしてポリカーボネートフレックを調製した。その粘度平均分子量、Q値、未反応の長鎖モノアルキルフェノール量を実施例1と同様に測定した。その結果を第1表に示す。

【0051】

【表1】

	アルキル基の 平均炭素数	粘度平均分子量	Q値 (cc/sec)	アルキルフェノール 未反応量(ppm)
実施例1	21	14,800	$98 \times 10^{-2}$	100>
実施例2	22	14,900	$104 \times 10^{-2}$	100>
比較例1	11	15,100	$68 \times 10^{-2}$	—
比較例2	15	14,800	$72 \times 10^{-2}$	—
比較例3	17	14,500	$76 \times 10^{-2}$	—
比較例4	18	14,500	$78 \times 10^{-2}$	—
実施例3	21	17,300	$50 \times 10^{-2}$	100>
実施例4	22	17,300	$59 \times 10^{-2}$	100>
比較例5	12	17,400	$32 \times 10^{-2}$	—
比較例6	15	17,100	$34 \times 10^{-2}$	—
比較例7	18	17,300	$37 \times 10^{-2}$	—
実施例5	21	18,700	$26 \times 10^{-2}$	100>
実施例6	22	10,000	$30 \times 10^{-2}$	100>
比較例8	11	19,500	$14 \times 10^{-2}$	—
比較例9	15	19,500	$18 \times 10^{-2}$	—
比較例10	17	19,300	$21 \times 10^{-2}$	—
比較例11	21	14,800	$107 \times 10^{-2}$	340
比較例12	11	15,100	$68 \times 10^{-2}$	350

【0052】(4)ポリカーボネートの射出成形  
実施例1～6及び比較例11, 12で得られたポリカーボネートフレックにリン系酸化防止剤として、イルガフオス168(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製)を50ppm添加し、270℃で造粒してペレットを得た。得られたペレットを、45トン射出成形機(東芝機械社製、IS45PV)を用いて、シリンダー温度;320℃、金型温度;50℃、射出圧力;7.84MPaの条件で射出成形して、連続で300ショットの35×25mmで厚み3mmの成形片を得た。その後、金型付着物の有無及び成形品の外観を観察した。

【0053】実施例1～6で得られたポリカーボネートフレックを原料としたペレットを用いた場合には、金型への付着物はなく、また成形品の外観は良好であったが、比較例11, 12で得られたポリカーボネートフレックを原料としたペレットを用いた場合には、金型にオイル状の付着物が見られ、また成形品は表面ムラがあり均一で平滑な外観を示すものとはならなかった。

【0054】

【発明の効果】本発明によれば、流動性が改良され、かつ射出成形する場合に金型に付着物が見られず、成形品の外観も良好な直鎖状ポリカーボネートを得ることがで

(7)

特開2003-96180

11

12

きる。

10

20

30

40

50